PCT/JPC0/00137

日本国特許庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

REC'D 10 MAZ 2000 13.01.00 WIPO PCT

JP00/137

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 顊 年 月 日 Date of Application:

1999年12月 3日

出 願 番 号 Application Number:

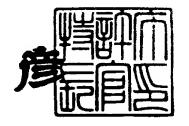
平成11年特許顯第345124号

東洋紡績株式会社

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 2月25日

特許庁長官 Commissioner, Patent Office 近藤隆



【書類名】 特許願

【整理番号】 CN99-0761

【提出日】 平成11年12月 3日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 D01F 15/00

【発明者】

【住所又は居所】 福井県敦賀市東洋町10番24号 東洋紡績株式会社

つるが工場内

【氏名】 松田 全央

【特許出願人】

【識別番号】 000003160

【氏名又は名称】 東洋紡績株式会社

【代表者】 津村 準二

【電話番号】 06-6348-3399

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 000619

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 難燃ポリエステル繊維

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記物性を満足するリン原子の含有量が500~50,000ppmのリン化合物共重合ポリエステルからなることを特徴とする難燃ポリエステル繊維。

t a n δ max ≥ 0. 250

Tα≦132℃

1. $730 \le 1$. $358 \times SG - \Delta n \le 1$. 770

(ここで、 t a n δ maxは動的粘弾性測定における損失正接の最大値を、 T α は 損失正接が最大となる温度を表し、 S G は比重を、 Δ n は複屈折をそれぞれ表す。)

【請求項2】 下記一般式(1)で示されるリン化合物を添加して得られる共重合ポリエステルを用いたことを特徴とする請求項1記載の難燃ポリエステル繊維。

【化1】

$$(R_2)$$
 $\xrightarrow{n^2}$ O $P-A-(R_1)_{n^1}$ (1) (R_2) $\xrightarrow{n^3}$ O

(式中、 R_1 は 1 価のエステル形成性官能基であり、 R_2 、 R_3 は同じか又は異なる基であって、それぞれハロゲン原子、炭素原子数 $1\sim 1$ 0 個の炭化水素基、 R_1 より選ばれ、Aは 2 価もしくは 3 価の有機残基を表す。また、 n_1 は 1 又は 2 であり、 n_2 、 n_3 はそれぞれ $0\sim 4$ の整数を表す。)

【請求項3】糸摩耗試験において0.098N/texの荷重下での摩耗切断までの回数が6500回以上であることを特徴とする請求項1記載の難燃ポリエステル繊維。

【請求項4】引張破断伸度(DE)が20~50%であることを特徴とする請求

項1記載の難燃ポリエステル繊維。

【請求項5】沸水収縮率(SHW)が10%以下であることを特徴とする請求項 1記載の難燃ポリエステル繊維。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、難燃性を有しかつ染色性、耐光堅牢性および摩耗特性や熱安定性に優れたポリエステル繊維に関する。

[0002]

【従来の技術】

ポリエステル繊維は取り扱いやすく、さらに価格の面でも他の合成繊維に比べて有利であり極めて広い用途を有している。しかしながら、分子構造が緻密である上、疎水性であり、さらに繊維表面が均一であるために天然繊維に比べると風合い、機能面では劣る。また、染色性に関してもポリエステルの場合、高温、高圧の条件下でないと染料が分子内に入り込めず、十分な色濃度まで染色しないという欠点を有する。

[0003]

近年の傾向として消費者のニーズの多様化により吸水、吸湿、発熱、蓄熱、難燃等、様々な機能を有する新規ポリエステル繊維の開発が盛んになってきており、多種多様な機能性繊維が開発されている。その中でも難燃性を有する繊維製品は、防災に対する意識の向上あるいは法整備に伴う難燃規制の強化等、一般、公共を問わず関心が高まってきている。特にホテル、旅館、病院、福祉施設等で使用されるインテリア関連商品ではポリエステル製品が数多く使用されており、これらの製品への難燃性の付与が必須となってきている。また、国内だけでなく海外でも同様に、難燃性を有する繊維製品はその需要を大幅に拡大しており、今後益々要求が増大していくと予想される。

[0004]

しかしながら、従来の難燃製品に関しては燃焼時にシアンやハロゲン等の有害 ガスが発生したり、後加工工程で繊維表面に難燃剤を固着させたために製品の風 合いが粗硬であったり、また洗濯による難燃耐久性に欠けるなど多くの問題点が あった。

[0005]

そこで、かかる欠点を解決する手段の1つとして、ポリエステルの分子主鎖中に難燃性を付与する原子の一つであるリン原子を導入するために、リン系化合物を共重合する方法(主鎖型)が提案されている(特公昭36-21050号公報、特公昭38-9447号公報、特公昭53-13479号公報、特開昭50-53354号公報)。しかしながら、それら主鎖型はいずれもポリエステル主鎖中にリン原子が存在するために耐加水分解性に劣る、さらには結晶性が高いが故に染色性に劣り、布帛とした時の風合い劣る等の問題があった。

一方、ポリエステル分子の側鎖にリン原子を導入した難燃性共重合ポリエステル繊維(側鎖型)も知られている(特公昭60-38417号公報、等)。この側鎖型リン共重合ポリエステル繊維は、染色性の点で主鎖型のものと比較して優れているものの十分とは言えない。しかも側鎖型リン共重合ポリエステル繊維の染色性を改良する場合、他方耐摩耗特性や熱安定性が低下する傾向にあり、従って染色性及び耐摩耗特性や熱安定性、等の機械的特性の両面で優れた難燃性ポリエステル繊維が得られていないのが現状である。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記問題点を克服し、従来の方法では達成し得なかった優れた染色性及び耐摩耗特性や熱安定性、等の機械的特性を具備したしなやかな風合いを有し、かつ長期に安定した難燃性をも有する難燃ポリエステル繊維を提供することを目的とする。

[0007]

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、本発明に到達した。

即ち本発明は、下記物性を満足するリン原子の含有量が500~50,000 ppmのリン化合物共重合ポリエステルからなることを特徴とする難燃ポリエス テル繊維である。

tan $\delta = ax \ge 0$. 250

T α ≦ 1 3 2 ℃

1. $730 \le 1$. $358 \times SG - \Delta n \le 1$. 770

(ここで、tanδ maxは動的粘弾性測定における損失正接の最大値を、Tαは 損失正接が最大となる温度を表し、SGは比重を、Δnは複屈折をそれぞれ表す 。)

[0008]

そして具体的には、下記一般式(1)で示されるリン化合物を添加して得られる共重合ポリエステルを用いたことを特徴とする上記記載の難燃ポリエステル繊維、糸摩耗試験において0.098N/texの荷重下での摩耗切断までの回数が6500回以上であることを特徴とする上記記載の難燃ポリエステル繊維、引張破断伸度(DE)が20~50%であることを特徴とする上記記載の難燃ポリエステル繊維、及び沸水収縮率(SHW)が10%以下であることを特徴とする請求項1記載の難燃ポリエステル繊維である。

[0009]

【化2】

$$(R_2)$$
 $\xrightarrow{n^2}$ O $P-A-(R_1)$ n_1 O O

[0010]

(式中、 R_1 は1価のエステル形成性官能基であり、 R_2 、 R_3 は同じか又は異なる基であって、それぞれハロゲン原子、炭素原子数 $1\sim1$ 0個の炭化水素基、 R_1 より選ばれ、Aは2価もしくは3価の有機残基を表す。また、 n_1 は1又は2であり、 n_2 、 n_3 はそれぞれ $0\sim4$ の整数を表す。)

[0011]

以下、本発明について詳細に説明する。本発明におけるポリエステルとは、主

たる酸成分がテレフタル酸またはそのエステル誘導体、主たるグリコール成分がエチレングリコールからなるものであるが、酸成分として20 モル%以下の脂肪族ジカルボン酸またはこれらのエステル形成誘導体、芳香族ジカルボン酸またはこれらのエステル形成性誘導体を共重合成分として含むことができる。また、酸成分の20 モル%以下のオキシカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体を含むこともできる。グリコール成分としては20 モル%以下のプロピレングリコール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4ーブタンジオール、1,6ーヘキサンジオール、1,4ーシクロヘキサンジメタノール、1,10ーデカメチレングリコール、4,4ージヒドロキシビスフェノール、1,4ービス(β -ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、2,5ーナフタレンジオール、これらのグリコールにエチレンオキサイドが付加したグリコール、ポリエチレングリコール等を含むことができる。

[0012]

また、これらポリエステル繊維中には少量の他の任意の重合体や酸化防止剤、 制電剤、染色改良剤、染料、顔料、艶消し剤その他の添加剤が含有されていても 良い。

[0013]

本発明の難燃性ポリエステル繊維に用いるポリマーは、リン原子を含有するリン化合物が共重合されたポリエステルであり、リン化合物とは、ポリエステルの構成成分であるジカルボン酸やジオールと反応してポリエステルに共重合することができる化合物である。このリン化合物のなかで好ましい化合物は、ポリエステルの側鎖及び/又は末端にリン原子を導入することができる化合物であり、結晶性および非晶分子の配向性を乱すという観点から側鎖にリン原子を導入できる化合物が特に好ましい。

[0014]

このリン化合物の例としては、一般式(1)で示される化合物が挙げられる。

[0015]

【化3】

[0016]

(式中、 R_1 は1価のエステル形成性官能基であり、 R_2 、 R_3 は同じか又は異なる基であって、それぞれハロゲン原子、炭素原子数 $1\sim1$ 0個の炭化水素基、 R_1 より選ばれ、Aは2価もしくは3価の有機残基を表す。また、 n_1 は1又は2であり、 n_2 、 n_3 はそれぞれ $0\sim4$ の整数を表す。)

[0017]

一般式(1)の化合物の具体的な化合物としては下記 $a \sim \beta$ の化合物が挙げられる。

[0018]

【化4】

$$\begin{array}{c}
O \\
P - C H_2 C H_2 - C O O H \\
O
\end{array}$$
(a)

$$\begin{array}{c}
O \\
P - CH_2CH_2 - COC_2H_5 \\
O
\end{array}$$
(c)

$$CH_3$$

$$O$$

$$P-CH_2CH_2COOCH_3$$

$$O$$

$$Br \longrightarrow O$$

$$P - CH_2CH_2COOC_2H_5$$

$$O$$
(e)

[0019]



【化5】

HOOC
$$P-CH_2CH_2-COOH$$
 (f)

Br
$$O$$

$$P-CH_2CH_2-COOH$$

$$O$$

$$CH_3$$

$$\begin{array}{c|c}
O & CH_3 \\
P - CH - CH_2 - COOH
\end{array}$$
(h)

$$\begin{array}{c|c}
O & CH_3 \\
P - CH - CH_2 - COOCH_3
\end{array}$$
(i)

$$\begin{array}{c}
O \\
P - CH_2CH_2COOCH_2CH_2OH \\
O
\end{array}$$
(j)

[0020]

【化6】

$$\begin{array}{c|c} B r \\ O \\ P - CH_2CH - COOCH_2CH_2CH_2OH \\ \hline & I \\ O & CH_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
O & CH_3 \\
P - CH - CH_2COOCH_2C_2OH \\
\hline
0
\end{array}$$
(1)

$$\begin{array}{c|c}
O & CH_3 \\
P - CH - CH_2OH \\
O
\end{array}$$
(n)

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & P-CH-COOCH_3 \\
 & I \\
 & O & CH_2COOCH_3
\end{array}$$
(o)

[0021]



$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & P - C H - C O O C_2 H_5 \\
 & I \\
 & O C H_2 C O O C_2 H_5
\end{array}$$
(p)

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & P - C H - C \\
 & O \\
 & C H_2 - C \\
 & O \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & P - CH - COOCH_3 \\
 & I \\
 & O CH_2COOH
\end{array}$$
(r)

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & P - CH_2CHCOOCH_3 \\
 & O & CH_2COOCH_3
\end{array}$$
(t)

[0022]

【化8】

$$\begin{array}{cccc}
O & COOC_2H_5 \\
P-CH_2CH & (u) \\
O & CH_2COOC_2H_5
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
O \\
P - C H_2 C H - C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
O \\
C H_2 - C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
O \\
C H_2 - C
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
P - C H_2 - \bigcirc - C H_2 O H \\
\hline
O \\
O
\end{array}$$
(w)

$$\begin{array}{c|c} & & & & \\ & & \\ & & & \\ & & \\ & & & \\$$

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & P - CH_2CHCOOCH_2 - \left(H \right) - CH_2OH \\
 & O & CH_2COOCH_2 - \left(H \right) - CH_2OH
\end{array}$$

[0023]

【化9】

$$\begin{array}{c|c}
C H_2 O H \\
P - C H_2 - C H O H
\end{array}$$

Br
$$O$$
 $P-CH_2CHCOOCH_2CH_2OH$ O $CH_2COOCH_2CH_2OH$

[0024]

本発明における難燃性ポリエステル繊維の製造に用いられる共重合ポリエステルは、基本的には例えば特公昭55-41610号公報に記載されるような公知の方法で重合することができるが、該共重合ポリエステルを溶融押出機を用いて紡糸口金より吐出し、引取り速度1000m/分~4500m/分、好ましくは1500~4000m/分の範囲で溶融紡糸することにより得ることができる。完成糸を得る方法としては、紡糸と延撚を2ステップで行う方式あるいは1ステップで行うスピンドロー方式のいずれでも構わない。この際重要な製造条件として、紡糸口金面の温度は、通常のポリエチレンテレフタレートの溶融紡糸で設定される温度よりも10℃~30℃低く設定することが肝要である。一般に、紡糸温度を下げると紡糸張力が高くなるが、本発明における難燃繊維を製造する上で

はポリマーの固有粘度を 0. 58~0. 62 d 1/gとし、溶融時の粘度を低減することで紡糸張力を適切な領域に設定することが重要となる。即ち、通常のポリエチレンテレフタレートと同様の設定温度で紡糸するとポリマー粘度の低下および重合度の低下が顕著となり紡糸張力が極端に低下し得られた繊維の強度は低く、耐摩耗特性に劣るものとなる。また、固有粘度を 0. 62 d 1/gよりも高くすると溶融時の粘度が高く、紡糸時の張力も上昇するため分子の配向が進行し、染色性が低下し、逆に 0. 58 d 1/g以下にすると紡糸張力が極端に低下し、それに伴い強度も著しく低下するため、本発明の所期の目的を達成することが困難となる。

[0025]

さらに、吐出ポリマーのせん断速度は分子配向制御および糸切れ抑制の観点から $3000\sim9000$ s $^{-1}$ にすることが肝要である。即ち3000 s $^{-1}$ 未満であると溶融状態での分子配向が十分では無く、得られた繊維は強度が低く、耐摩耗性に劣るものとなる。また、これらの欠点を解消すべく延伸倍率を上げると得られた繊維の染色性が低下することになる。逆に9000 s $^{-1}$ を超えると紡糸口金面、特にオリフィス周辺の汚れがひどくなるため、糸切れが発生し易く、いずれの場合も本発明の目的を達成することが困難となる。好ましくは $3500\sim85$ 00 s $^{-1}$ である。

また紡糸口金面から冷却風の吹出し開始までの距離は80mm以下、好ましくは70mm以下にすることが肝要である。これはポリマーが吐出されてからできるだけ早い段階で冷却することで紡糸張力を高め、紡糸での高変形速度下での延伸を出来るだけ進行させ、後の延伸工程での低変形速度下での延伸倍率を少なくする方が完成糸の分子配列は低くなるという点で好ましいからであり、80mmを超えると糸条の冷却が遅れるため紡糸張力が低下し、紡糸での延伸が進まないため、延伸工程での延伸倍率が高くなるため、結果として分子配向が高くなり染色性の観点で劣るものとなり、ひいては繊維のtanδ maxは0.250未満となり本発明の目的とする繊維を得る事が困難となる。さらに、延伸工程でのセット温度は155℃以上が好ましく、155℃未満ではセットが不十分であり、熱安定性に劣る。

このように、従来の難燃性ポリエステル繊維では到達が困難であった染色性と 機械的特性を具備した繊維を得るには、上述の特定の製造条件、等を採用するこ とによりはじめて達成することができるのである。

[0026]

本発明における難燃ポリエステル繊維に用いられている共重合ポリエステルのリン原子の含有量は500~50,000ppmであることが望ましく、500ppm未満であると難燃性能に劣るばかりか、常圧での分散染色が困難となる。また、50,000ppmを超えるとリン原子を含有するリン化合物の共重合量を多くする必要があり、その結果、ポリマーの融点が著しく低下し、紡糸が困難となるばかりか、得られた繊維の強度も低下するため好ましくない。より好ましくは1,500~30,000ppmである。

[0027]

また、本発明における難燃ポリエステル繊維は t a n δ maxが 0. 250以上であることが望ましい。0. 250未満であると非晶部分の領域が少なくかつモビリティーが低いために、染料が十分吸尽さず、しかも耐摩耗特性が低下する。より好ましくは 0. 260以上である。t a n δ maxの上限は特に限定はされないが、あまり高すぎると結晶性が大きく崩れるため、糸の強力に影響を及ぼす恐れがある。また、t a n δ maxを示す温度は 132 C以下であることが重要であり、132 Cを超えると染色性が著しく低下する。より好ましくは 130 C以下である。t a n δ maxを示す温度についても特に下限は限定されないが低すぎると耐熱性に劣る。

[0028]

さらに、本発明における難燃ポリエステル繊維は下記式を満足することが望ま しく、

1. $730 \le 1$. $358 \times SG - \Delta n \le 1$. 770

1. $358 \times SG - \Delta n < 1$. 730の範囲では結晶化度に対する分子配向度が高く、非晶部の緻密性が増し、染色性及び耐摩耗特性に劣る。逆に、1. $358 \times SG - \Delta n > 1$. 770の範囲では結晶化度に対する分子配向度が低くなりすぎ、染色性には優れるが繊維強度が低下するとともに、沸水収縮率が大きくなり

熱安定性が低下する。より好ましくは以下の範囲である。

1. $735 \le 1$. $358 \times SG - \Delta n \le 1$. 765

[0029]

さらに、破断伸度(DE)は20%~50%であることが好ましい。20%未満であると、耐摩耗特性が低下し、後加工通過時に毛羽が発生しする。逆に50%を超えると繊維の熱安定性が低下するとともに製編織工程における張力で糸が不用に伸ばされ寸法安定性に問題が発生する。より好ましくは25%~45%である。

[0030]

また、本発明における難燃ポリエステル繊維は、摩耗強さが摩擦子の往復運動回数にして6500回以上であることが好ましい。6500回未満であると後加工工程での毛羽立ち、白化などの問題が生じ、本発明の所期の目的を達成することが困難となる。より好ましくは6700回以上である。

[0031]

さらに、本発明における難燃ポリエステル繊維は、沸水収縮率(SHW)が10%以下、更には 9%以下であることが好ましい。SHWが10%を超えると熱的安定性に劣り、後工程での寸法変化が著しく、布帛の風合いも粗硬なものとなり本発明の目的を達成することは困難となる。

[0032]

以上、本発明の難燃ポリエステル繊維は織編物や不織布として使用され、一般 衣料、カーペット、カーテン、等の各種インテリア、スエードや車両用座席シート、或いは安全ネット、養生シート、工事用メッシュシート、等の工業資材、布 団綿や布団側地、ミシン糸、等各種用途に使用することができる。

[0033]

【実施例】

以下、実施例により本発明を説明する。なお、本発明の評価に用いた方法は以 下の通りである。

[0034]

(動的粘弾性特性)

レオバイブロン(オリエンテック社製)を用いて、110Hzの周波数下で2 0℃より1℃/分の速度で230℃まで昇温しながら、損失正接(tanδ)を 測定し、その最大値をtanδmaxとし、最大値を示す温度をTαとして評価し た。

[0035]

(比重; SG)

硝酸カルシウム4水和物と純水の混合液からなる密度勾配管により30℃で測定したn=3の平均値とした。

[0036]

(複屈折; △n)

ベレックコンペンセーターを装着した偏向顕微鏡によりレターデーションと繊維径により求めたn=5の平均値とした。

[0037]

(強度、伸度; DE)

テンシロン (オリエンテック社) によりゲージ長200mm、クロスヘッドスピード200mm/分の条件で強度および伸度をそれぞれ5回測定しその平均値で評価した。

[0038]

(塵耗強さ試験)

基本的にはJIS-L1095 (7.10.2 B法) に準拠し、糸摩耗試験機を用いて荷重を0.098N/tex、摩擦速度を115回/分として摩擦子を往復運動させ、破断するまでの往復回数を測定し、<math>n=10の平均値で評価した

[0039]

(沸水収縮率)

繊度 $(dtex) \times 1/33$. 3gに相当する荷重を加え、原糸50.0cm の長さに予め印を付けておきガーゼに包んだ後、沸水中に30分間浸漬し、風乾 した後同荷重を加えて印間の長さ(L)を測定し、以下の式で算出した。

SHW (%) = $(50-L) / 50 \times 100$

[0040]

(難燃性評価)

消防安第65号に準拠して限界酸素指数(LOI)で評価した。

[0041]

(L*;明度)

分光測色計(ミノルタCM-3700D)により測定径8mmφ、光源D65、視野2°の条件でL*値を3回測定し、その平均値で評価した。

[0042]

(耐光堅牢度)

試料を紫外線ロングライフフェード・オ・メーター (FAL-AU/H/BR) を使用して、照射温度 (BPT) ; 63±3℃。照射時間40時間の条件で光退色させ、グレースケール基準にて級判定した。

[0043]

(実施例1)

テレフタル酸をカルボン酸成分とし、エチレングリコールをグリコール成分とし、前記のリン含有化合物(s)をリン原子含有量が6000ppmとなるよう共重合させたリン原子含有共重合ポリエステルを用いて紡糸温度262℃、せん断速度6010g⁻¹、引取り速度1450m/分で、紡糸口金面から冷却風の吹出し開始までの距離を65mmとして溶融紡糸した後、通常の条件にて2.79倍に延伸し、167デシテックス48フィラメントの完成糸を得た。得られた糸を筒編地とした後精練を行い風乾の後、分散染料(Dianix Black BG-FS200%;ダイスタージャパン製)により浴比1:50、染料濃度20%owfの条件の下、130℃で60分間、染色を行い、乾燥後、測色計により明度(L*)を測定すると共に耐光堅牢性についても評価した。得られた布帛は、難燃性はもちろんのこと染色性、耐光堅牢性共に優れていた。また、糸での耐摩耗特性にも優れていた。

[0044]

(実施例2)

せん断速度4307s⁻¹、引取り速度を1300m/分、延伸倍率を2.88

倍として、56デシテックス24フィラメントの完成糸を得た以外は実施例1と 同法にて布帛を得た。得られた布帛は、難燃性はもちろんのこと染色性、耐光堅 牢性共に優れていた。また、糸での耐摩耗特性にも優れていた。

[0045]

(実施例3)

せん断速度3676 s⁻¹、引取り速度を3000m/分、口金面から冷却風の吹出し開始までの距離を35 mm、延伸倍率を1.67倍としてスピンドロー方式にて84デシテックス24フィラメントの完成糸を得た以外は実施例1と同法にて布帛を得た。得られた布帛は、難燃性はもちろんのこと染色性、耐光堅牢性共に優れていた。また、糸での耐摩耗特性にも優れていた。

[0046]

(実施例4)

リン原子の含有量を3500ppmとし、紡糸温度を265℃とした以外は実施例1と同法にて167デシテックス48フィラメントの完成糸を得た。得られた布帛は、難燃性はもちろんのこと染色性、耐光堅牢性共に優れていた。また、糸での耐摩耗特性にも優れていた。

[0047]

(実施例5)

延伸時の延伸倍率を3.4倍とした以外は実施例1と同法にて完成糸を得た。 得られた糸は難燃性、染色性、および耐光堅牢性には優れているものの摩耗特性 に劣っており、さらに編み立て時に毛羽が発生し、製編が困難であるといった課 題が残った。

[0048]

(実施例6)

延伸時の延伸倍率を2.1倍とした以外は実施例1と同法にて完成糸を得た。 得られた糸は難燃性、染色性、摩耗特性および耐光堅牢性には優れているものの 製編時のテンションにより寸法変化が生じ編立て性に劣るといった課題が残った

[0049]

(実施例7)延伸工程でのセット温度を145℃として完成糸を得た以外は実施例1と同法にて布帛を得た。得られた布帛は難燃性、染色性、摩耗特性および耐光堅牢性には優れているものの熱による寸法安定性が低く、染色後は粗硬な風合いとなった点で課題が残った。

[0050]

(比較例1)

リン原子含有量が300ppmとなるよう共重合させたリン原子含有共重合ポリエステルを用い、紡糸温度を269℃として完成糸を得た以外は実施例1と同法にて完成糸を得た。得られた糸は染色性および難燃性に劣っていた。

[0051]

(比較例2)

リン原子含有量が60000ppmとなるよう共重合させたリン原子含有共重合ポリエステルを用い、紡糸温度を260℃とした以外は実施例1と同法にて完成糸を得た。紡糸、延伸時の糸切れが多く、操業性に問題があった。また、得られた糸は染色性および難燃性に優れていたが、強力および摩耗特性に劣っていた

[0052]

(比較例3)

紡糸口金面から冷却風の吹出し開始までの距離を120mmとし、延伸倍率を2.92として完成糸を得た以外は実施例1と同法にて布帛を得た。得られた繊維のtanδmaxは0.237と低く、得られた布帛は染色性に劣っていた。

[0053]

(比較例4)

せん断速度を $2\,1\,6\,1\,s^{-1}$ とした以外は実施例1と同法にて完成糸を得た。得られた繊維の $t\,a\,n\,\delta$ maxは0. $2\,3\,1$ と低く、しかも強度及び耐摩耗性に劣っていた。

[0054]

(比較例5)

せん断速度を $12603s^{-1}$ とした以外は実施例1と同法にて紡糸を試みたが

、紡糸時に糸切れが多発し、繊維が得られなかった。

[0055]

(比較例6)

リン原子含有化合物を(2-カルボキシエチル)メチルホスフィン酸として完成 糸を得た以外は実施例1と同法にて布帛を得た。得られた繊維のtanδmaxは 0.230と低く、布帛は染色性に劣っており、さらに糸の耐摩耗性にも劣って いた。

[0056]

【表1】

(ndo)		金额见	自能机	金金色	侧锥型	(金) (金) (金) (金)	伽斯型	包括形	便獲型	侧斜型	側鎖型	侧鎖型	主観型
	0009	0009	9009	3500	9009	0009	6000	300	00009	0009	0009	0009	0009
	0.605	0.605	0.605	0.605	0.605	0.605	0.605	0.610	0.560	0.605	0.605	0.605	0.605
7,	297	262	762	265	262	292	262	569	092	262	292	262	262
(\-\s)	6010	4307	3676	6010	2902	4369	6010	6010	6010	6010	2161	12603	6010
	65	35	65	<u> </u>	65	99	65	65	65	120	65	65	65
(\ \ \ /}	1450	0061	3000	1450	1450	1450	1450	1450	1450	1450	1450	1450	1450
(C)	8	8	100	08	8	æ	8	08	08	80	- 80	80	80
(091	160	160	091	09	160	145	091	160	160	160	160	160
	2.79	2.88	1.67	2.79	3.40	2,10	2.79	2,79	2.79	2.92	2.92	1	2.79
	167	29	84	191	167	167	167	167	167	167	167	ı	191
	\$	24	24	89	₩	89	87	89	87	\$	8	ı	848
	0.259	0.258	0.258	0.253	0.253	0.258	0.266	0,200	0.291	0.237	0.231		0.230
	129.0	128.8	128.1	130.8	129.8	127.4	128.2	133.9	124.9	132.3	130.2	1	133.9
	0.120	0.108	0.099	0,121	0.132	0.110	0.101	0.144	0,083	0.134	0.138	1	0.146
	1.3770	1.3772	1.3699	1.3788	1.3802	1.3769	1.3687	1.3755	1.3698	1.378	1.3780	-	1,3764
Δn	1.750	1.762	1.761	1.75	1.742	1.760	1.758	1.724	1.777	1.737	1.733		1.723
Vdtex)	4.15	82.7	3.82	4.25	4.46	3,34	4.11	4.35	3.55	4.18	4.22	1	4.22
8	32.3	32.7	34.2	32.8	12.6	64.1	32.5	31.9	33.0	33.5	34.0	1	34.3
	8.5	8.6	9.6	8.2			12.3			9.3	9.3	1	9.
	29.0	79.1	29.5	27.8	28.9	29.0	29.1	23.4	34.2	28.9	29.5	ł	29.2
(F)	8730	8239	8188	10147	6120	8844	8545	13290	5834	8765	6403	1	6403
	15.3	15.2	15.1	15.4	15.3	15,2	15.2	16.5	14.8	15.2	15,4	1	16.
(E	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	5	3~4	4~-5	4~2	1	4~5
78 0			水. 水. n- 方式		製舗時に毛羽錦牛	を基準に上来を行っています。	十分を存む		防氷米也ためい			訪条不能	
	(cN/dtex) (回) 庫(配)	(K)	(%) 4,15 (%) 32.3 8.5 8.5 (%) 8730 (%) 4~5	(%) 4.15 4.29 (%) 32.3 32.7 8.5 8.6 29.0 29.1 0) 8730 8239 15.3 15.2 (60) 4~5 4~5	(%) 4,15 4,29 3,82 (%) 32.3 32.7 34.2 34.2 35.5 32.7 34.2 35.5 32.7 34.2 3.6 29.0 29.1 29.2 37.3 8730 8239 8188 1 15.3 15.2 15.1 15.3 15.2 15.1 7注	(%) 4.15 4.29 3.82 4.25 (%) 32.3 32.7 34.2 32.8 8.5 8.6 9.6 8.2 29.0 29.1 29.2 27.8 0) 8730 8239 8188 10147 15.3 15.2 15.1 15.4 (概) 4~5 4~5 4~5 4~5	(名) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 (名) 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 8.5 9.6 8.2 29.0 29.1 29.2 27.8 28.9 (個) 8730 8239 8188 10147 6120 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 スピット・ロート・コート・コート・コート・コート・コート・コート・コート・コート・コート・コ	(名) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 3.34 (名) 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 64.1 8.5 8.6 9.6 8.2 29.0 29.1 29.2 27.8 28.9 29.0 9) 8730 8239 8188 10147 5120 8844 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.3 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 73.5 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.3 15.2 15.2 15.3 15.3 15.2 15.3 15.3 15.2 15.3 15.3 15.2 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3	(名) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 3.34 4.11 (名) 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 64.1 32.5 8.5 8.6 9.6 8.2 12.6 64.1 32.5 12.3 8.5 8.5 8.5 8.2 12.8 29.0 29.1 29.2 27.8 28.9 29.0 29.1 8730 8239 8188 10147 6120 8844 8545 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.3 15.2 15.3 15.2 15.3 15.3 15.3 15.2 15.3 15.3 15.3 15.3 15.2 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3	(3) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 3.34 4.11 4.35 (3) 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 64.1 32.5 31.9 8.5 8.6 9.6 8.2 12.6 64.1 32.5 31.9 12.0 29.0 29.1 23.4 12.3 12.3 12.3 12.3 12.3 12.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 16.5 13.30 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 16.5 15.3 15.2 15.3 15.2 16.5 13.30 15.3 15.2 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3	(紫) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 3.34 4.11 4.35 3.55 3.55 (紫) 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 64.1 32.5 31.9 33.0 83.0 85.5 8.6 9.6 8.2 12.3 12.3 32.0 29.0 29.1 23.4 34.2 34.2 15.3 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 16.5 14.8 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 16.5 14.8 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 16.5 14.8 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 16.5 14.8 15.3 15.2 15.3 15.2 16.5 14.8 15.3 15.2 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3 15.3	(3) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 3.34 4.11 4.35 3.55 4.18 4.18 8.5 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 64.1 32.5 31.9 33.0 33.5 8.5 8.6 9.6 8.2 8.2 12.3 12.3 9.3 3.0 33.5 9.3 13.0 29.1 29.0 29.1 29.2 27.8 28.9 29.0 29.1 23.4 34.2 28.9 15.2 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 16.5 14.8 15.2 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 16.5 14.8 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.1 15.4 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 4~5 5 3~4 4~5 5 5 3~4 5~5 5 3~4 5~5 5 3~4 5~5 5 3~4 5~5 5~5 5~2 5~2 5~2 5~2 5~2 5~2 5~2 5~2	(紫) 4.15 4.29 3.82 4.25 4.46 3.34 4.11 4.35 3.55 4.18 4.22 (紫) 32.3 32.7 34.2 32.8 12.6 64.1 32.5 31.9 33.0 33.5 34.0 83.5 8.5 8.6 9.6 8.2 8.2 12.3 8.3 32.7 29.0 29.1 29.2 27.8 28.9 29.0 29.1 23.4 34.2 28.9 29.0 12.3 87.2 28.9 29.2 15.3 15.2 15.1 15.4 15.3 15.2 15.2 15.4 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 4~5 14.8 15.2 15.2 15.4 15.3 15.2 15.4 15.3 15.2 15.4 15.3 15.2 15.4 15.3 15.2 15.4 15.3 15.2 15.4 15.5 14.8 15.5 14.8 15.5 14.8 15.5 14.8 15.2 15.4 15.5 14.8 15.4 15.4 15.4 15.4 15.4 15.4 15.4 15.4

[0057]

【発明の効果】

本発明によれば、長期に安定した難燃性を有しながら、染色性および耐摩耗性と熱安定性に優れた難燃ポリエステル繊維を経済的かつ効率良く得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 長期に安定した難燃性を有するだけでなく、染色性及び耐摩耗性と熱 的安定性に優れた難燃ポリエステル繊維を提供する。

【解決手段】 下記物性を満足するリン原子の含有量が500~50,000ppmの下記リン化合物共重合ポリエステルからなる難燃ポリエステル繊維。

Tα≦132℃

1. $730 \le 1$. $358 \times SG - \Delta n \le 1$. 770

(ここで、tanδ maxは動的粘弾性測定における損失正接の最大値を、Tαは 損失正接が最大となる温度を表し、SGは比重を、Δnは複屈折をそれぞれ表す 。)

【化1】

$$(R_2)$$
 $\xrightarrow{n_2}$ O $P-A-(R_1)$ n_1 O O

(式中、 R_1 は1価のエステル形成性官能基であり、 R_2 、 R_3 は同じか又は異なる基であって、それぞれハロゲン原子、炭素原子数 $1\sim1$ 0個の炭化水素基、 R_1 より選ばれ、Aは2価もしくは3価の有機残基を表す。また、 n_1 は1又は2であり、 n_2 、 n_3 はそれぞれ $0\sim4$ の整数を表す。)

【選択図】なし

出願人履歴情報

識別番号

[000003160]

1. 変更年月日 1

1990年 8月10日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

氏 名

東洋紡績株式会社